



19 **BUNDESREPUBLIK**
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 **Patentschrift**
10 **DE 43 44 441 C 1**

51 Int. Cl.⁶:
G 01 N 31/12
G 01 N 33/18
G 01 N 21/35

21 Aktenzeichen: P 43 44 441.5-52
22 Anmeldetag: 24. 12. 93
43 Offenlegungstag: —
45 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 13. 7. 95

DE 43 44 441 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 **Patentinhaber:**

Siepmann, Friedrich Wilhelm, Dipl.-Ing., 64823
Groß-Umstadt, DE; Teutscher, Michael, Dipl.-Ing.,
64354 Reinheim, DE

74 **Vertreter:**

Katscher, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 64291 Darmstadt

72 **Erfinder:**

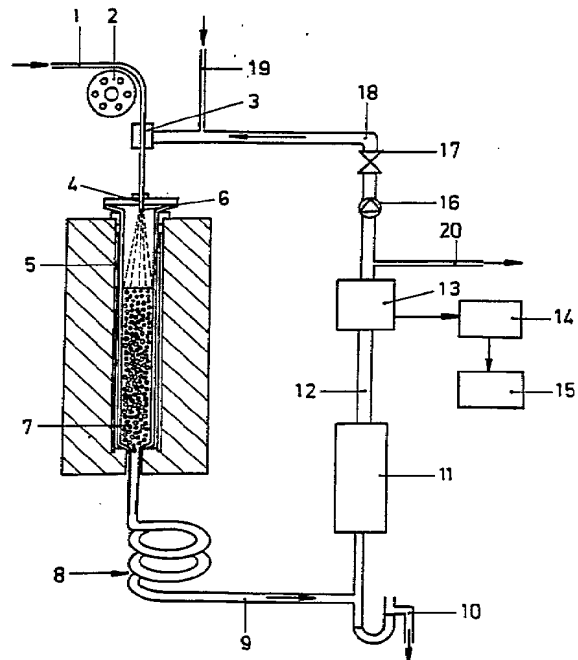
gleich Patentinhaber

56 **Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:**

GIT, Fachz.Lab., 23. Jg., 8/79, S. 738-747;
gwf-wasser/abwasser, 120 (1979), H. 5, S. 217-223;

54 **Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Bestimmung des Gehalts an oxidierbaren Inhaltsstoffen in wäßrigen Flüssigkeiten**

57 Zur Bestimmung von oxidierbaren Inhaltsstoffen, beispielsweise Kohlenstoff, in wäßrigen Flüssigkeiten werden Flüssigkeitsproben in einem Verbrennungsofen (5) verbrannt. In dem so erhaltenen Abgas wird das entstandene gasförmige Oxid durch Infrarotmessung ermittelt. Der aus dem Verbrennungsofen (5) austretende Abgasstrom wird über eine Kreislaufleitung (18) im Kreislauf wieder dem Verbrennungsofen (5) zugeführt, wobei eine im Vergleich zur Menge des Abgasstroms geringe Menge an Transportgas zugegeben wird. Das im Kreislauf geführte Abgas bewirkt die Zufuhr der Flüssigkeitsproben zu dem Verbrennungsofen (5) und liefert die erforderliche Einsprühenergie.



DE 43 44 441 C 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Bestimmung des Gehalts an oxidierbaren Inhaltsstoffen in wäßrigen Flüssigkeiten, bei dem Flüssigkeitsproben mittels eines Transportgases einem Verbrennungssofen zugeführt und thermisch behandelt werden und der Inhaltsstoff zu einem gasförmigen Oxid verbrannt wird und in einer Probe des so erhaltenen Abgases der Gehalt an gasförmigem Oxid durch Infrarotmessung ermittelt wird.

Ein wichtiges Anwendungsgebiet dieses Verfahrens ist die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts und/oder des Stickstoffgehalts in Abwasser. Diese oxidierbaren Inhaltsstoffe werden im allgemeinen wie folgt bezeichnet:

TC (Total Carbon) der gesamte in der wäßrigen Flüssigkeit enthaltene Kohlenstoff;

TOC (Total Organic Carbon) der gesamte in der wäßrigen Flüssigkeit in Form von organischen Verbindungen enthaltene Kohlenstoff;

TIC (Total Inorganic Carbon) der gesamte in der wäßrigen Flüssigkeit in Form von anorganischen Verbindungen enthaltene Kohlenstoff;

TN (Total Nitrogen) der gesamte in der wäßrigen Flüssigkeit enthaltene Stickstoff.

In dem Aufsatz von F. Ehrenberger, "Zur Bestimmung von Sauerstoffbedarfs- und Kohlenstoff-Kennzahlen in der Wasserqualitätsbestimmung", GIT Fachz. Lab. 23 Jg 8/79, S. 738—747, werden verschiedene Methoden zur TOC-Bestimmung beschrieben, die auf der naßchemischen oder thermischen Umsetzung der organischen Inhaltsstoffe und der quantitativen Oxidation beruhen.

Bei den bekannten Verfahren der eingangs genannten Gattung durchläuft die Flüssigkeitsprobe einen Feinfilter, um Partikel zu entfernen, die größer als 100—200 µm sind. Die Flüssigkeitsprobe würde dann — im Falle der Bestimmung des TOC ggf. mit einer Zwischenbehandlung zum Entfernen der anorganischen Verbindungen — dem Verbrennungssofen zugeführt. Dort werden die organischen Inhaltsstoffe thermisch zu Kohlendioxid (CO₂) umgesetzt. Das entstandene Kohlendioxid wird mit Hilfe eines Transportgases, das in der Regel auch den nötigen Verbrennungssauerstoff liefert, durch einen Kühler mit Wasserabscheider, einen Gasfilter und eine Infrarot-Auswerteeinheit transportiert. Das bei der Verbrennung entstandene Kohlendioxid wird durch Infrarotmessung bestimmt, und aus diesem Wert wird der TOC errechnet.

Bei dem beschriebenen Verfahren ist das Probenvolumen je Zeiteinheit oder Einzelprobe mit 20—100 µl extrem gering. Das geringe Probenvolumen hat zur Folge, daß die zuführenden Leitungen ebenfalls einen extrem geringen Querschnitt haben müssen, um größere Zeitverluste zu vermeiden.

Ein weiteres bekanntes Verfahren (gwf-wasser/abwasser 120 (1979) H. 5) zur Bestimmung des TOC ohne den Einsatz eines Katalysators erfordert erhöhte Temperaturen (1100 bis 1200°C) und eine längere Aufenthaltszeit im Ofen. Eine einfache Verlängerung der Aufenthaltszeit im Ofen durch Vergrößerung des Ofenvolumens hat jedoch den Nachteil größerer Totzeiten. Der gleiche Effekt wird bei dem bekannten Verfahren dadurch angestrebt, daß die mit Trägergas vermischte Probe auf ihrem Weg durch den Verbrennungssofen mittels Umlenkblechen (Schikanen) mehrmals durch die heißeste Ofenzonen geleitet wird, bevor sie den Ofen

verläßt und der Infrarotmessung zur Auswertung zugeführt wird.

Die Probe wird mit Hilfe eines Transportgases (Carrier-Gas) und/oder einer feindüsigen Dosiervorrichtung in den Ofen eingebracht. Hierbei sind folgende Zusammenhänge wichtig:

Das Probenvolumen ist mit 20—100 µl pro Minute oder Einzelprobe extrem gering. Es muß zusammen mit dem Transportgas in den Verbrennungssofen eingespritzt werden. Das Transportgas hat vor allem die Aufgabe, das durch Verbrennung entstandene CO₂-Gas aus dem Verbrennungssofen bis zu einer Infrarot-Meßkammer zu transportieren. Die Transportgasmenge bestimmt die CO₂-Austauschzeit im Verbrennungssofen. Die Transportgasmenge verdünnt jedoch das Ergebnissignal des zu messenden CO₂ aus dem der TC, TOC usw. ermittelt wird.

Um unter den zuvor genannten Bedingungen einen guten Eintrag der Abwasserprobe in den Verbrennungssofen zu erreichen, muß eine mechanische Vorrichtung die Probe mit hoher Energie durch eine sehr dünne Düse in den Verbrennungssofen befördern oder die Flüssigkeitsprobe muß mit Hilfe des Transportgases durch eine sehr dünne Düse (Düse mit sehr kleinem Querschnitt) in den Verbrennungssofen gespritzt werden.

Die notwendige Einhaltung der oben genannten Bedingungen hat zur Folge, daß der Einsatz der Einspritzdüsen mit sehr geringem Durchmesser (50—250 µm) sehr schnell zu Verstopfungen der Düse führt. Vergrößert man die Düse, muß man mehr Transportgas einsetzen, um das Gemisch mit ausreichender Energie in den Verbrennungssofen zu verdüsen. Dadurch wird das Ergebnissignal des CO₂ verringert.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein Verfahren der eingangs genannten Art so auszugestalten, daß zum Eintrag der Flüssigkeitsproben in den Verbrennungssofen eine ausreichend große Gasmenge zur Verfügung steht, ohne daß hierdurch das Ergebnissignal der Infrarotmessung verringert wird.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß aus dem Verbrennungssofen ein Abgasstrom abgeführt wird, der im Kreislauf dem Verbrennungssofen zusammen mit dem Transportgas und den Flüssigkeitsproben gleichzeitig wieder zugeführt wird.

Durch die im Kreislauf durch den Verbrennungssofen geführte Abgasmenge, die vorzugsweise ein Mehrfaches der Menge des Transportgases beträgt, steht zum Eintrag der Flüssigkeitsproben in den Verbrennungssofen eine dann als Transportgas (Carrier-Gas) dienende Gasmenge zur Verfügung, die wesentlich höher ist als die Menge des jeweils frisch zugeführten Trägergases. Diese durch den Verbrennungssofen hindurchgeführte Gasmenge beeinträchtigt jedoch die Infrarotmessung nicht und verringert insbesondere nicht das Ergebnissignal des zu bestimmenden gasförmigen Oxids, beispielsweise des Kohlendioxids, weil das im Kreislauf geführte Abgas bei stationärem Betriebszustand die gleiche Konzentration an gasförmigem Oxid aufweist wie das der Infrarotmessung zu unterwerfende Abgas, d. h. die Zumischung des im Kreislauf geführten Abgases führt nicht zu einer Verdünnung des zu messenden Abgases.

Durch den erfindungsgemäßen Kreislaufbetrieb können die beiden Aufgaben des Transportgases, nämlich einerseits die Bereitstellung der Verdünnungsenergie für die Flüssigkeitsproben und andererseits der Transport des gasförmigen Oxids aus dem System heraus, so voneinander getrennt werden, daß beide Teilaufgaben mit der jeweils hierfür optimalen Gasmenge ausgeführt

werden können. Mit einem großen Gas-Kreislaufstrom kann die Flüssigkeitsprobe durch eine wesentlich größere Düse und mit hoher Energie in den Verbrennungs-
ofen eingespritzt werden; zugleich wird durch die Wahl
einer verhältnismäßig kleinen Menge von zugeführtem
Transportgas das Ergebnissignal vergrößert. Die erforderliche Mindestmenge des frisch zugeführten Träger-
gases wird jetzt fast nur noch von der zulässigen Zeit-
verzögerung des Austausches von gasförmigem Oxid,
beispielsweise CO_2 aus dem Verbrennungssofen beein-
flußt.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Er-
findung ist vorgesehen, daß der gesamte aus dem Ver-
brennungssofen abgeführte Abgasstrom die der Infrarot-
messung unterworfenen Probe bildet und daß eine der
Menge des zugeführten Transportgases entsprechende
Abgasmenge aus dem im Kreislauf geführten Abgas-
strom entnommen wird. Dies ist besonders vorteilhaft,
wenn die zur Infrarot-Messung verwendete Meßkam-
mer bedingt durch ihre Bauart zur sicheren Betriebs-
weise einen verhältnismäßig großen Gas-Volumen-
strom benötigt. Hierbei ist es jedoch erforderlich, den
gesamten großen Gasstrom nach dem Austritt aus dem
Verbrennungssofen zu trocknen und zu kühlen.

Um den Aufwand für die Trocknung, Kühlung und
ggf. Filtrierung des Abgases zu verringern und eine auf
einen kleinen Volumenstrom eingestellte Infrarot-Meß-
kammer zu verwenden, ist gemäß einer weiteren vor-
teilhaften Ausgestaltung des Erfindungsgedankens vor-
gesehen, daß aus dem im Kreislauf geführten Abgas-
strom die der Infrarot-Messung unterworfenen Probe ent-
nommen wird.

Nur der verhältnismäßig kleine, der Infrarotmessung
unterworfenen Gas-Volumenstrom fließt dann über den
der Infrarot-Meßkammer vorgeschalteten Kühler, so
daß diese Bauteile für einen sehr kleinen Volumenstrom
ausgelegt werden können.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in der Weise
kontinuierlich durchgeführt werden, daß das Transport-
gas kontinuierlich zugeführt wird. Die Infrarotmessung
kann ebenfalls kontinuierlich oder in einzelnen Schrit-
ten durchgeführt werden.

Statt dessen ist es gemäß einer weiteren Ausgestal-
tung des Erfindungsgedankens aber auch möglich, das
Verfahren so durchzuführen, daß das Transportgas
schubweise zugeführt wird und daß ein zwischen zwei
Schüben von Transportgas durch Infrarotmessung im
Abgas ermittelter Anstieg des Gehalts an gasförmigem
Oxid als Signal für die Bestimmung des Gehalts an oxi-
dierbaren Inhaltsstoffen in der wäßrigen Flüssigkeit
ausgewertet wird.

Dieses Verfahren ist besonders vorteilhaft bei beson-
ders geringen Konzentrationen von oxidierbaren In-
haltsstoffen in der wäßrigen Flüssigkeit. Während des
größten Teils der Meßzeit ist der Transportgasstrom
unterbrochen. Bei einer solchen Betriebsweise erhöht
sich während der Messung ständig die Konzentration an
gasförmigem Oxid im gesamten System, bis eine maxi-
male Konzentration erreicht ist. Bei Erreichen dieser
Grenzwert-Konzentration erfolgt ein Austausch mit ei-
ner hohen Transportgasmenge, und der Vorgang be-
ginnt von neuem. Die Änderung der Konzentration pro
Zeiteinheit, d. h. der Anstieg des Gehalts an gasförmigem
Oxid, wird als Ergebnissignal ausgewertet.

Die Erfindung betrifft auch eine vorteilhafte Vorrich-
tung zur Durchführung des Verfahrens. Ausgehend von
einer bekannten Vorrichtung mit einer Flüssigkeits-Dosi-
ereinrichtung zur Zuführung von Flüssigkeitsproben

über eine Flüssigkeitsleitung zu einem Verbrennungs-
ofen, mit einer in einen Einlaß des Verbrennungssofens
mündenden Zufuhrleitung für Transportgas, einer ei-
nem Auslaß des Verbrennungssofens über einen Kühler
nachgeschalteten Infrarot-Meßkammer und einer Gas-
abfuhrleitung ist die erfindungsgemäße Vorrichtung da-
durch gekennzeichnet, daß nach dem Auslaß des Ver-
brennungssofens eine Kreislaufleitung abgezweigt ist,
die über eine Kreislaufpumpe und eine Kreislauf-Dosi-
ereinrichtung in den Einlaß des Verbrennungssofens
mündet. Die Kreislaufleitung kann stromab von der In-
frarot-Meßkammer abgezweigt sein. Statt dessen ist es
auch möglich, daß die Kreislaufleitung zwischen dem
Auslaß des Verbrennungssofens und dem nachgeschalte-
ten Kühler abgezweigt ist.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungs-
gemäßen Vorrichtung sind Gegenstand weiterer Unter-
ansprüche.

Die Erfindung wird nachfolgend an Ausführungsbei-
spielen näher erläutert, die in der Zeichnung dargestellt
sind.

Es zeigt:

Fig. 1 in vereinfachter Darstellungsweise eine Vor-
richtung zur Bestimmung des CO_2 -Gehalts von Abwas-
ser,

Fig. 2 in einer Darstellung entsprechend der **Fig. 1**
eine abgewandelte Ausführungsform und

Fig. 3 in vergrößerter, ebenfalls schematischer Dar-
stellungsweise eine Mischkammer am Einlaß des in den
Fig. 1 und **2** gezeigten Verbrennungssofens.

Bei dem in **Fig. 1** dargestellten Ausführungsbeispiel
wird eine dem zu untersuchenden Abwasser entnomme-
ne definierte Flüssigkeitsprobe nach dem Passieren ei-
nes (nicht dargestellten) Feinfilters und ggf. einer Zwi-
schenbehandlung zum Entfernen des anorganischen
Anteils über eine Flüssigkeitsleitung 1 und eine Dosier-
pumpe 2, die eine Flüssigkeits-Dosiereinrichtung bildet,
einer Mischbatterie 3 zugeführt. Von dort gelangt die
Flüssigkeitsprobe zu einem Einlaß 4 eines beispielsweise
als Pyrolyserohr ausgeführten Verbrennungssofens 5,
in den sie über eine Düse 6 eingespritzt wird. Der Ver-
brennungssofen 5 enthält einen Katalysator 7, der der
Verbrennung der in der Flüssigkeitsprobe enthaltenen
oxidierbaren Inhaltsstoffe, beispielsweise Kohlenstoff,
zu einem gasförmigen Oxid, beispielsweise Kohlendio-
xid, dient.

Über einen schematisch als Kühlschlange dargestell-
ten Vorkühler 8 gelangt das im Verbrennungssofen 5
erzeugte Abgas über eine Leitung 9, an die ein Syphon
10 mit Wasserabscheider angeschlossen ist, zu einem
Kühler 11. Dort wird das Abgas getrocknet und gekühlt,
bevor es über eine Leitung 12 und ggf. über ein (nicht
dargestelltes) Filter in eine Infrarot-Meßkammer 13 ein-
tritt.

In der Infrarot-Meßkammer 13 wird mittels einer In-
frarotmessung der Gehalt an gasförmigem Oxid, bei-
spielsweise Kohlendioxid, bestimmt. Das Meßsignal
wird einem Rechner 14 zugeführt, der ein Ergebnissig-
nal an eine Anzeige- und/oder Aufzeichnungseinrich-
tung 15 liefert.

Nach dem Austritt aus der Infrarot-Meßkammer 13
wird der Abgasstrom im Kreislauf über eine Kreislauf-
pumpe 16 und ein als Kreislauf-Dosiereinrichtung die-
nendes einstellbares Dosierventil 17 der Mischbatterie 3
zugeführt, von wo aus er wieder in den Verbrennungs-
sofen 5 gelangt.

Vor dem Eintritt in die Mischbatterie 3 wird dem
Abgasstrom in der Kreislaufleitung 18 eine im Vergleich

dazu geringe Menge an Transportgas über eine Zufuhrleitung 19 zugemischt. Das Transportgas enthält auch den für die Verbrennung im Verbrennungssofen 5 notwendigen Sauerstoff.

Eine der zugeführten Transportgasmenge entsprechende Abgasmenge wird nach der Infrarot-Meßkammer 13 über eine Gasabfuhrleitung 20 aus dem System abgeführt.

Während bei bisher üblichen Vorrichtungen, die keine Kreislaufleitung 18 aufweisen, eine Düse 6 mit einem Durchmesser von beispielsweise 0,25 mm verwendet wird und eine Transportgasmenge von 50 ml/Min zugeführt wird, kann bei einer entsprechenden Vorrichtung gemäß Fig. 1 eine Düse 6 mit einem Durchmesser von 1,0 mm verwendet werden. Die in der Kreislaufleitung 18 zugeführte, umlaufende Abgasmenge beträgt 1500 ml/Min, während die Trägergasmenge ebenfalls 500 ml/Min beträgt.

Bei diesem Beispiel mit einer gegenüber dem bekannten Verfahren 30-fach höheren Einsprüh-Gasmenge ist ein 16-fach größerer Düsenquerschnitt der Düse 6 möglich. Die Einblasenergie zum Eintrag der Flüssigkeitsprobe in den Verbrennungssofen 5 ist dann ungefähr doppelt so groß. Die rechnerische mittlere Aufenthaltszeit erhöht sich von 1,4 Minuten auf etwa 1,6 Minuten. Durch die Führung der Abgasmenge im Kreislauf durch die Kreislaufleitung 18 ist es möglich, das Ergebnissignal des zu bestimmenden gasförmigen Oxids, beispielsweise des Kohlendioxids, durch Halbierung des Trägergasstroms von 50 auf 25 ml/Min zu verdoppeln. Die mittlere Aufenthaltszeit erhöht sich dann von 1,6 auf 3,2 Minuten.

Während beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 1 die Kreislaufleitung 18 stromab von der Infrarot-Meßkammer 13 abgezweigt ist, ist beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 die Kreislaufleitung 18' zwischen dem Auslaß des Verbrennungssofens 5, an den sich der Vorkühler 8 anschließt, und dem nachgeschalteten Kühler 11 abgezweigt. Die durch die Kreislaufleitung 18' im Kreislauf geführte Abgasmenge wird in der schon vorher beschriebenen Weise über die Kreislaufpumpe 16 und das einstellbare Dosierventil 17 zur Mischbatterie 3 und von dort wieder in den Verbrennungssofen 5 geführt.

Eine demgegenüber wesentlich kleinere Abgasmenge wird über eine Leitung 9', an die der Syphon 10 mit Wasserabscheider angeschlossen ist, und den Kühler 11 zur Infrarot-Meßkammer 13 geleitet, von wo er über die Gasabfuhrleitung 20' abgeführt wird. Die Infrarotmessung und die Signalauswertung im Rechner 14 und in der Anzeige- bzw. Registriereinrichtung 15 erfolgt in der schon vorher beschriebenen Weise.

Fig. 3 zeigt Einzelheiten der dem Einlaß 4 des Verbrennungssofens 5 vorgeschalteten Mischbatterie 3. Dort wird das mit dem Transportgas vermischte, im Kreislauf geführte Abgas in die Flüssigkeitsleitung 1 eingeführt, die dann mit der Düse 6 in den Verbrennungssofen 5 mündet. Die Mischbatterie 3 weist eine die Flüssigkeitsleitung 1 umgebende Gaskammer 21 auf, in die eine das Transportgas und das im Kreislauf geführte Abgas zuführende Gasleitung 22 mündet, die einen Teil der Kreislaufleitung 18 bzw. 18' bildet.

In der Flüssigkeitsleitung 1 ist innerhalb der Gaskammer 21 eine Gaseintrittsöffnung 23 vorgesehen. Durch diese Gaseintrittsöffnung 23 tritt das Gas aus der Gaskammer 21 in die Flüssigkeitsleitung 1 ein. Da die eintretende Gasmenge im Vergleich zur Flüssigkeitsmenge in der Flüssigkeitsleitung 1 sehr groß ist, liefert das eintretende Gas die Transportenergie, um die Flüssigkeit

durch die aus der Mischbatterie 3 austretende Leitung 1' zur Düse 6 zu transportieren und dort zu versprühen. Wegen der verhältnismäßig großen Gasmenge kann die Leitung 1' mit ausreichend großem Querschnitt und der jeweils gewünschten Länge ausgeführt werden, ohne daß dadurch die Verweilzeit der Flüssigkeitsprobe wesentlich erhöht würde. Da die Düse 6 mit verhältnismäßig großem Querschnitt ausgeführt sein kann, treten auch keine Verstopfungen auf.

Abweichend von den dargestellten Ausführungsbeispielen kann auf das Dosierventil 17 verzichtet werden, wenn die Kreislaufpumpe als eine zugleich die Kreislauf-Dosiereinrichtung bildende Dosierpumpe ausgeführt ist.

Anstelle der beschriebenen kontinuierlichen Messung kann die Vorrichtung nach Fig. 1 auch so betrieben werden, daß die Zufuhr von Transportgas über die Zufuhrleitung 19 vollständig unterbrochen wird. Beim weiteren Betrieb der Vorrichtung steigt dann die Konzentration an gasförmigem Oxid infolge der weiteren Zufuhr von Flüssigkeitsproben an. Mittels der Infrarotmessung in der Infrarot-Meßkammer 13 wird dieser Konzentrationsanstieg ermittelt und liefert ein Signal für die Bestimmung des Gehalts an oxidierbaren Inhaltsstoffen. Wenn ein vorgegebener Grenzwert der Konzentration erreicht ist, wird über die Zufuhrleitung 19 eine größere Menge Transportgas zugeführt. Die gleiche Menge an Abgas wird ebenso schubweise durch die Gasabfuhrleitung 20 abgeführt. Zugleich sinkt die Konzentration an gasförmigem Oxid im Abgasstrom rasch ab, so daß ein neuer Meßzyklus beginnen kann. Dieser Vorgang kann fortlaufend wiederholt werden, um kontinuierlich zugeführte Flüssigkeit zu untersuchen; es ist aber so auch möglich, nur eine einzelne Flüssigkeitsprobe zu untersuchen, wobei in der Zeitspanne zwischen zwei Messungen eine definierte Flüssigkeitsmenge zugegeben wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Bestimmung des Gehalts an oxidierbaren Inhaltsstoffen in wäßrigen Flüssigkeiten, bei dem Flüssigkeitsproben mittels eines Transportgases einem Verbrennungssofen zugeführt und thermisch behandelt werden und der Inhaltsstoff zu einem gasförmigem Oxid verbrannt wird und in einer Probe des so erhaltenen Abgases der Gehalt an gasförmigem Oxid durch Infrarotmessung ermittelt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß aus dem Verbrennungssofen ein Abgasstrom abgeführt wird, der im Kreislauf dem Verbrennungssofen zusammen mit dem Transportgas und den Flüssigkeitsproben gleichzeitig wieder zugeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der gesamte aus dem Verbrennungssofen abgeführte Abgasstrom die der Infrarotmessung unterworfenen Probe bildet und daß eine der Menge des zugeführten Transportgases entsprechende Abgasmenge aus dem im Kreislauf geführten Abgasstrom entnommen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß aus dem im Kreislauf geführten Abgasstrom die der Infrarotmessung unterworfenen Probe entnommen wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge des im Kreislauf geführten Abgasstroms ein Mehrfaches der Menge des Transportgases beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1—4, dadurch gekennzeichnet, daß das Transportgas kontinuierlich zugeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Transportgas schubweise zugeführt wird und daß ein zwischen zwei Schüben von Transportgas durch Infrarotmessung im Abgas ermittelter Anstieg des Gehalts an gasförmigem Oxid als Signal für die Bestimmung des Gehalts an oxidierbaren Inhaltsstoffen in der wäßrigen Flüssigkeit ausgewertet wird.
7. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1—6 mit einer Flüssigkeits-Dosiereinrichtung zur Zuführung von Flüssigkeitsproben über eine Flüssigkeitsleitung zu einem Verbrennungsofen, mit einer in einem Einlaß des Verbrennungsofens mündenden Zufuhrleitung für Transportgas, einer einem Auslaß des Verbrennungsofens über einen Kühler nachgeschalteten Infrarot-Meßkammer und einer Gasabfuhrleitung, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Auslaß des Verbrennungsofens (5) eine Kreislaufleitung (18, 18') abgezweigt ist, die über eine Kreislaufpumpe (16) und eine Kreislauf-Dosiereinrichtung (17) in den Einlaß (4) des Verbrennungsofens (5) mündet.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7 zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kreislaufleitung (18) stromab von der Infrarot-Meßkammer (13) abgezweigt ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 7 zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Kreislaufleitung (18') zwischen dem Auslaß des Verbrennungsofens (5) und dem nachgeschalteten Kühler (11) abgezweigt ist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Kreislaufpumpe (16) eine zugleich die Kreislauf-Dosiereinrichtung bildende Dosierpumpe ist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Kreislauf-Dosiereinrichtung ein einstellbares Dosierventil (17) ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeits-Dosiereinrichtung eine Dosierpumpe (2) ist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß dem Einlaß (4) des Verbrennungsofens eine Mischbatterie (3) vorgeschaltet ist, in der das mit dem Transportgas vermischte, im Kreislauf geführte Abgas in die Flüssigkeitsleitung (1) eingeführt wird, und daß die Flüssigkeitsleitung (1 bzw. 1') mit einer Düse (6) in den Verbrennungsofen (5) mündet.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischbatterie (3) eine die Flüssigkeitsleitung (1) umgebende Gaskammer (21) aufweist, in die eine das Transportgas und das im Kreislauf geführte Abgas zuführende Gasleitung (22) mündet, und daß in der Flüssigkeitsleitung (1) in der Gaskammer (21) mindestens eine Gaseintrittsöffnung (23) vorgesehen ist.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

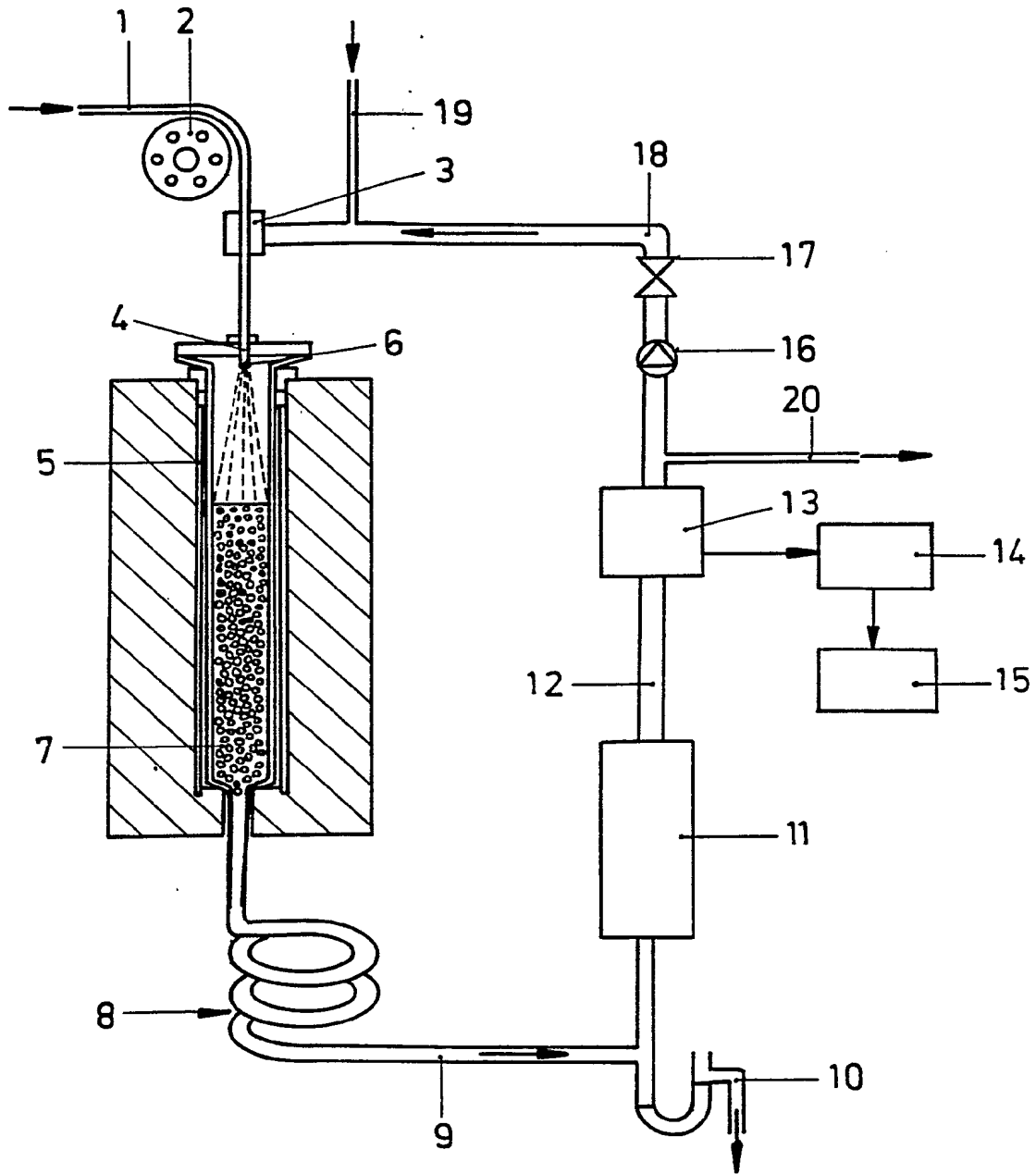


FIG. 1

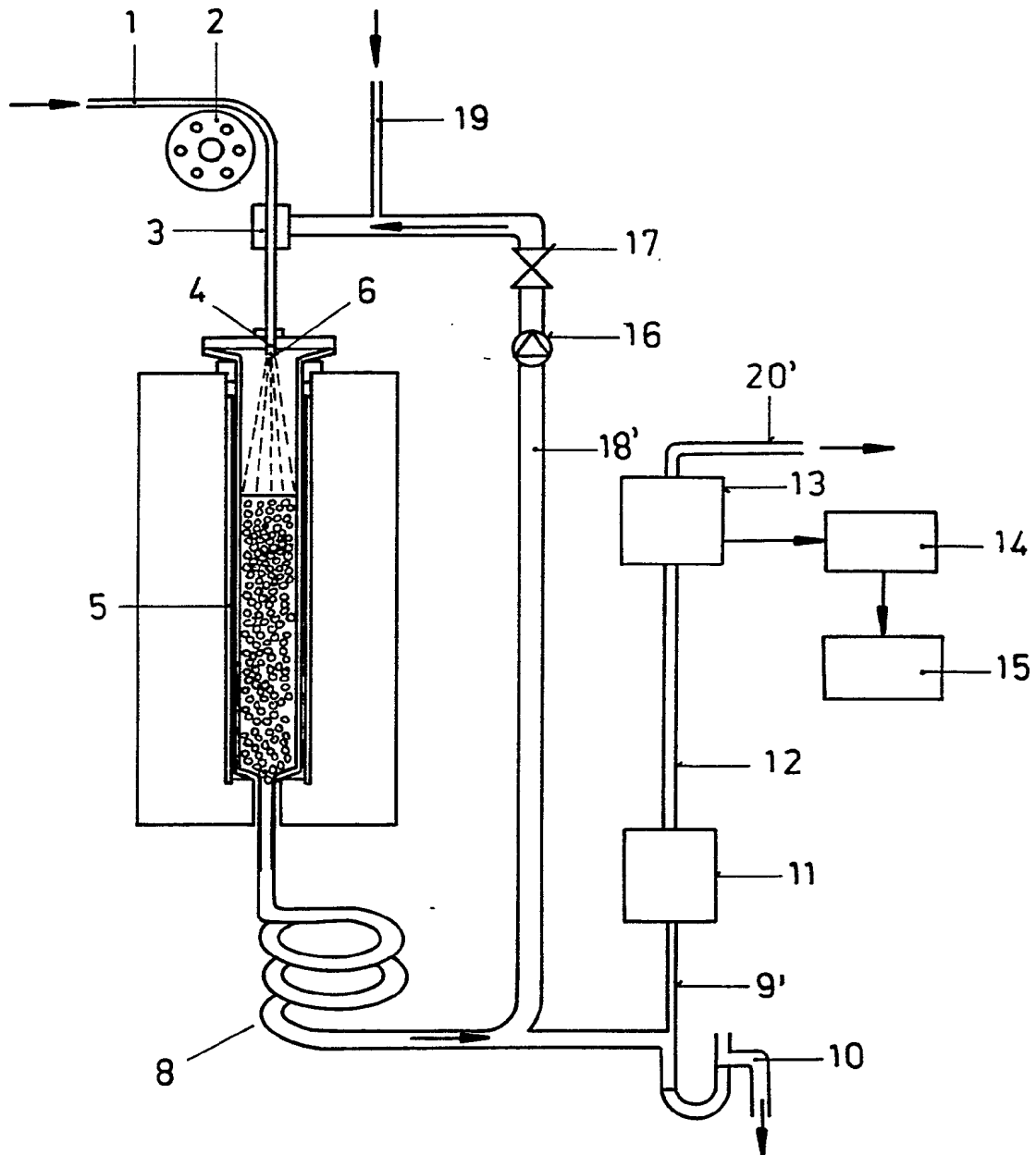


FIG. 2

